

Verfahren zum Reinigen von Chlorwasserstoff

Publication number: DE869193 (C)

Publication date: 1953-03-05

Inventor(s): FEDER ERNST DR +

Applicant(s): CHLOBERAG CHLOR BETR RHEINFELD +

Classification:

- international: **C01B7/01**; C01B7/00; C01B7/00

- European: C01B7/01^{DT}

Application number: DE1944C001426D 19440822

Priority number(s): DE1944C001426D 19440822

Abstract not available for **DE 869193 (C)**

Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



AUSGEGEBEN AM
5. MÄRZ 1953

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 869 193

KLASSE 12i GRUPPE 5

C 1426 IV b/12i

Dr. Ernst Feder, Rheinfelden (Bad.)
ist als Erfinder genannt worden

Chloberag Chlor Betrieb Rheinfelden Aktiengesellschaft,
Rheinfelden (Bad.)

Verfahren zum Reinigen von Chlorwasserstoff

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 22. August 1944 an

Der Zeitraum vom 8. Mai 1945 bis einschließlich 7. Mai 1950 wird auf die Patentdauer nicht angerechnet

(Ges. v. 15. 7. 51)

Patentanmeldung bekanntgemacht am 5. Juni 1952

Patenterteilung bekanntgemacht am 22. Januar 1953

Bei der thermischen Spaltung von Chlorkohlenwasserstoffen fällt Chlorwasserstoff an, der entsprechend seiner Abgangstemperatur und dem Dampfdruck des im Spaltraum vorhandenen Chlorkohlenwasserstoffes mit dessen Dampf gesättigt ist. Bei den meist hohen Dampfdrücken der bei den Spaltreaktionen auftretenden Flüssigkeiten ist der Dampfgehalt des Chlorwasserstoffes beträchtlich und beträgt beispielsweise bei Sättigung mit Trichloräthylen bei 25° und 730 mm etwa 0,5 g/l Gas.

Die aus solchem Chlorwasserstoff hergestellte Salzsäure ist wegen ihres Gehalts an organischen Lösungsmitteln für viele Zwecke unbrauchbar und hat insbesondere den Nachteil, daß sie beispiels-

weise auf Gummi und ähnliche Werkstoffe zerstörend wirkt. 15

Es ist erfolgreich versucht worden, den Dampfgehalt aus dem Chlorwasserstoff durch Behandlung mit Aktivkohle, Silicagel und ähnlichen großflächigen Adsorptionsmitteln zu entfernen, doch bereitet hierbei die Regenerierung dieser Mittel große Schwierigkeiten und Kosten. Eine Entfernung des Dampfes durch Tiefkühlung wäre denkbar, doch ist sie zu kostspielig und benötigt große Anlagen. 20

Es wurde nun gefunden, daß durch Waschung mit perchlorierten Kohlenwasserstoffen oder Chlorkohlenwasserstoffen, deren Dampfspannung bei 20° unter 0,5 Torr liegt, eine erfolgreiche Reinigung des 25

Gases möglich ist, und zwar so, daß die an Stelle der ausgewaschenen organischen Stoffe tretenden Spuren der hochsiedenden Waschmittel innerhalb der aus dem Chlorwasserstoff hergestellten Salzsäure auch bei Dauerbeanspruchung keinerlei schädigende Wirkung auf natürlichen und künstlichen Kautschuk, Polyvinylchlorid u. dgl. ausüben. Besonders bewährt hat sich hierbei die Verwendung von Hexachlorbutadien und von hochsiedenden, flüssigen, gesättigten Chlorkohlenwasserstoffen, wie sie beispielsweise im Destillationsrückstand der Tetrachloräthanherstellung anfallen. Am besten verwendet man die bei 15 mm zwischen 140 und 160° anfallende, von Hexachlorbutan befreite Fraktion. Die Regenerierung der verwendeten Waschmittel bereitet keine Schwierigkeiten, da bei dem großen Unterschied der Siedepunkte (beispielsweise Trichloräthylen 87°, Perchloräthylen 120°, Hexachlorbutadien 215°, Tetrachloräthannachlauf 235°) durch einfaches Ausdestillieren evtl. unter Anwendung von Vakuum die Trennung leicht zu bewirken ist. Ein weiterer Vorteil liegt darin, daß der Chlorwasserstoff keinerlei schädliche Wirkung auf die verwendeten Waschflüssigkeiten ausübt und daß bei der geringen spez. Wärme der in Betracht kommenden Flüssigkeiten eine vorherige Tiefkühlung ohne großen Kälteaufwand die Wirkung verbessert. Zur Erhöhung des Wirkungsgrades bzw. Einsparung von Waschflüssigkeit kann die Waschung auch in zwei Stufen erfolgen. Aber schon ohne solche Hilfsmaßnahmen ergibt sich eine überraschend befriedigende Wirkung.

Beispiel 1

Es werden stündlich 530 l bei 25° mit Perchloräthylendampf gesättigter Chlorwasserstoff in einem Rieselturm 2175 g Hexachlorbutadien von 27° entgegengeschickt. Der aus dem Rieselturm austretende Chlorwasserstoff war frei von Perchlor-

äthylendampf und enthielt nur etwa 2% des Gasgewichts an Hexachlorbutadien. Die Waschflüssigkeit hatte dabei 4% Perchloräthylen aufgenommen.

Beispiel 2

560 l bei 25° mit Trichloräthylendampf gesättigter Chlorwasserstoff wurden je Stunde 2290 g Tetrachloräthannachlauf von 18° entgegengeschickt. Der austretende Chlorwasserstoff enthielt kein Trichloräthylen mehr und nur etwa 1% seines Gewichts an Tetrachloräthannachlauf. Die aus dem Turm ablaufende Waschflüssigkeit hatte einen Gehalt von 13,5% Trichloräthylen.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Reinigung von Chlorwasserstoff von Dämpfen verhältnismäßig niedrig siedender organischer Stoffe, dadurch gekennzeichnet, daß der Chlorwasserstoff mit hochsiedenden perchlorierten Kohlenwasserstoffen bzw. Chlorkohlenwasserstoffen, deren Dampfspannung bei 20° unter 0,5 Torr liegt, gewaschen wird, insbesondere in einem Rieselturm.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Waschflüssigkeit Hexachlorbutadien oder hochsiedende flüssige Nebenprodukte der Tetrachloräthanherstellung verwendet werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die verbrauchten hochsiedenden Lösungsmittel zum Auskochen evtl. unter Anwendung von Vakuum regeneriert werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Waschung in zwei oder mehreren Stufen vorgenommen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Waschmittel vor seiner Verwendung abgekühlt bzw. tiefgekühlt wird.